

①⑨ BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND

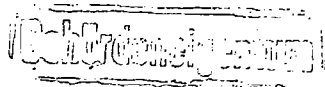


DEUTSCHES
PATENTAMT

⑫ Offenlegungsschrift
⑪ DE 30 37 494 A 1

⑤① Int. Cl. 3:
C 09 B 57/04
C 09 B 57/10
C 09 D 11/02

②① Aktenzeichen: P 30 37 494.8-43
②② Anmeldetag: 3. 10. 80
④③ Offenlegungstag: 9. 4. 81



③⑥ Unionspriorität: ③② ③③ ③①
03.10.79 JP P126886-79

⑦② Erfinder:
Ando, Hirohito; Furukawa, Naoli, Ibaraki, JP

⑦① Anmelder:
Dainippon Ink and Chemicals, Inc., Tokyo, JP

⑦④ Vertreter:
Zumstein sen., F., Dr.; Assmann, E., Dipl.-Chem. Dr.rer.nat.;
Koenigsberger, R., Dipl.-Chem. Dr.rer.nat.; Zumstein jun.,
F., Dipl.-Chem. Dr.rer.nat.; Klingseisen, F., Dipl.-Ing.,
Pat.-Anw., 8000 München

⑥④ Verfahren zur Herstellung eines Isoindolinonpigments

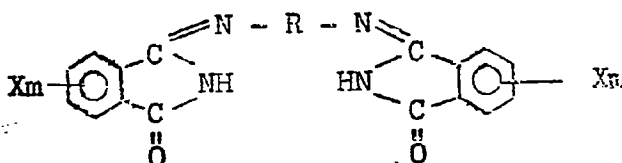
DE 30 37 494 A 1

DE 30 37 494 A 1

F-8136-K115 (DIC) / HF
12/10/We

P a t e n t a n s p r ü c h e
=====

1. Verfahren zur Herstellung eines Isoindolinonpigments, dadurch gekennzeichnet, daß man ein Salz, das gebildet wurde aus einer Isoindolinonverbindung der Formel



worin X ein Chlor- oder Bromatom darstellt, R eine aromatische Gruppe oder eine heterocyclische Gruppe bedeutet und m die Bedeutung von 0 oder einer ganzen Zahl von 1 bis 4 hat, in Wasser in Anwesenheit eines organischen Lösungsmittels, das mit Wasser nicht frei mischbar ist, hydrolysiert.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man mit einer Menge des organischen Lösungsmittels von 0,05 bis 100 Gew.-Teilen/100 Gew.-Teile Wasser arbeitet.

3. Verfahren nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß man mit einer Menge des organischen Lösungsmittels von 0,05 bis 10 Gew.-Teile/100 Gew.-Teile Wasser arbeitet.

4. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man mit einer Menge des Salzes von bis zu 50 Gew.-% bezogen auf das gesamte Hydrolyse-reaktionssystem arbeitet.

130015/1031

3037494

-2-

5. Verfahren nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß man mit einer Salzmenge bis zu 20 Gew.-%,bezogen auf das gesamte Hydrolyse-reaktionssystem arbeitet.

6.

Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man die Hydrolyse bei einer Temperatur von 0 bis 100°C durchführt.

130015/1031

F8136-K115 (DIC) / HF
12 / We

DAINIPPON INK AND CHEMICALS, INC., Tokio / Japan
=====

Verfahren zur Herstellung eines Isoindolinonpigments
=====

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung eines Isoindolinonpigments mit einer ausgezeichneten Deckkraft, Wetterbeständigkeit und Dispergierbarkeit, das in der Form von fast sphärischen Teilchen mit einem gleichmäßigen Teilchendurchmesser vorliegt.

Aus der US-PS 2 573 352 und der JA-Patentveröffentlichung Nr. 4488/59 (entsprechend der CH-PS 346 218) ist es bekannt, daß Isoindolinonpigmente geeignet als gelbe Färbemittel sind. In den letzten Jahren wurde ein Verfahren zur Herstellung dieser Pigmente beschrieben, beispielsweise in den JA-Patentveröffentlichungen Nr. 42610/76 und 35579/78. Pigmente, sog. Rohpigmente (pigment crudes), die nach den in diesen Patentveröffentlichungen beschriebenen Methoden hergestellt wurden, bestehen aus pfeilerähnlichen Teilchen von ungleichmäßigem Teilchendurchmesser und ihre Eigenschaften, die sie als Pigment geeignet machen, wie die Dispergierbarkeit, Farbtrennbarkeit, Farbfestigkeit und Deckkraft und der Glanz eines Films aus einem Anstrich daraus, sind schlecht.

Um die Eignung von Isoindolinonverbindungen als Pigmente zu verbessern, wurden verschiedene Pigmentierungsbehandlungen bisher vorgeschlagen. Beispielsweise war ein Verfahren bekannt, das darin besteht, eine Isoindolinonverbindung mit einer Base, wie Natriummethylat in einem hydrophilen organischen Lösungsmittel umzusetzen

130015/1031

und anschließend das resultierende Produkt mit Wasser oder einer Säure zu hydrolysieren (JA-Patentveröffentlichung Nr. 39565/72, entsprechend den US-PS'en 3 532 687 und 3 758 497, ein Verfahren, das darin besteht, eine Isoindolinonverbindung mit einem Alkylamin zu behandeln (JA-offengelegte Patentveröffentlichung Nr. 25526/76), und ein Verfahren, das darin besteht, ein Alkalimetallsalz einer Isoindolinverbindung mit einem hydrophilen organischen Lösungsmittel (JA-offengelegte Patentveröffentlichung Nr. 128923/77) zu hydrolysieren. Die nach diesen Verfahren erhaltenen Pigmente weisen eine feine Teilchengröße mit einer spezifischen Oberfläche von 40 bis 85 m²/g auf. Sie weisen eine ausgezeichnete Transparenz, jedoch eine schlechte Deckkraft, auf.

Als eine weitere pigmentbildende Methode ist die Hydrolyse eines Alkalimetallsalzes einer Jodindolinonverbindung in Wasser bei erhöhter Temperatur oder mit einer Säure bekannt (JA-offengelegte Patentveröffentlichung Nr. 124022/77). Das nach dieser Methode erhaltene Pigment weist eine spezifische Oberfläche von 30 bis 50 m²/g auf und muß daher, um seine Deckkraft zu vergrößern, einer Pigmentierungsbehandlung unter Verwendung von Titanoxid, das die Wirkung hat, eine Deckkraft zu verleihen, wie in Beispiel 2 der JA-offengelegten Patentveröffentlichung Nr. 124022/77 beschrieben, unterzogen werden. Das so erhaltene Pigment ist immer noch nicht völlig zufriedenstellend, da seine anderen Eigenschaften wie die Färbekraft notwendigerweise verringert werden und seine Anwendungsmöglichkeiten begrenzt werden.

Es ist bekannt, durch welche Pigmentierungsbehandlung dabei gegenwärtig handelsübliche Isoindolinonpigmente hergestellt werden. Es wurde jedoch von Farbenherstellern zum Ausdruck gebracht, daß metallische Anstriche, die aus diesen Pigmenten und aus einem Aluminiummetallpulver erhalten werden, bei der Überzugsbildung, bei der Anwendung im Freien braun werden. Es besteht daher ein Bedürfnis, die Wetterfestigkeit dieser Pigmente zu verbessern.

130015/1031

Andererseits kam plötzlich die Tendenz auf, Isoindolinonpigmente als Ersatz für anorganische Pigmente zu verwenden, die Toxizitätsgefahren wie Bleigelb oder Cadmiumgelb hervorrufen können und es besteht daher ein gesteigertes Bedürfnis nach der Bereitstellung von Isoindolinonpigmenten mit einer großen Deckkraft und einer guten Dispergierbarkeit.

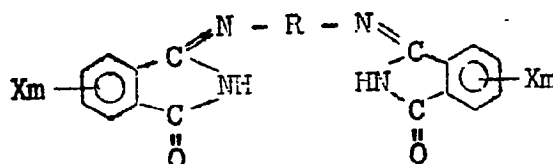
Ein Gegenstand der Erfindung ist daher die Bereitstellung eines Isoindolinonpigments, das diesen Erfordernissen entspricht.

Um diesen Gegenstand zu erzielen, wurden im Rahmen der Erfindung die Teilchenform, der Durchmesser, die Teilchengrößenverteilung, die spezifische Oberfläche usw. von Isoindolinonpigmenten untersucht. Zunächst wurde versucht, Pigmente zu erhalten, die große Teilchen mit einer geringen spezifischen Oberfläche aufweisen, durch Wärmebehandlung von Isoindolinonrohpigmenten in einem organischen Lösungsmittel, wie o-Dichlorbenzol, Nitrobenzol und Dimethylformamid. Zwar weisen die durch eine solche Behandlung erhaltenen Pigmente einen großen Teilchendurchmesser bis zu einem gewissen Grad auf, jedoch sind die Teilchendurchmesser nicht gleichmäßig. Dementsprechend wurde zwar ihre Deckkraft verbessert, jedoch ihre anderen Eigenschaften, wie die Farbstärke, der Glanz und die Fartrennbarkeit wurden beeinträchtigt. Wurde die Behandlungstemperatur erhöht, so trat eine Kristallumwandlung auf und die gewünschten Pigmente konnten nicht erzielt werden, wie in der JA-offengelegten Patentveröffentlichung Nr. 5840/77 beschrieben.

Im Rahmen der Erfindung wurde bei der Untersuchung von Pigmenten festgestellt, daß das vorstehende Ziel bzw. der vorstehende Gegenstand der Erfindung erzielt werden kann durch Hydrolysierung eines Salzes, das aus einer Isoindolinverbindung der Formel

130015/1031

BAD ORIGINAL



worin X ein Chlor- oder Bromatom darstellt, R eine aromatische Gruppe oder eine heterocyclische Gruppe bedeutet und m die Bedeutung von 0 oder einer ganzen Zahl von 1 bis 4 hat und einer Base gebildet wurde, in Wasser, in Anwesenheit eines organischen Lösungsmittels, das mit Wasser nicht frei mischbar ist.

Nach dieser erfindungsgemäßen pigmentbildenden Behandlungsmethode kann man zum ersten Mal Isoindolinonpigmente mit einer fast sphärischen Teilchenform und einem gleichmäßigen Teilchendurchmesser erzielen. Diese Pigmente weisen eine brillante Farbe und eine sehr große Deckkraft, eine bessere Dispergierbarkeit, Glanz, Farbtrennbarkeit, Fließfähigkeit, Farbstärke, Wetterbeständigkeit, Lichtechtheit, Wärmebeständigkeit und so weiter auf, als die übliche Isoindolinonpigmente.

Da erfindungsgemäß das aus der Isoindolinonverbindung und einer Base gebildete Salz hydrolysiert wird, kann die für die Salzbildung verwendete Isoindolinonverbindung ein Rohpigment sein, das nicht für die Pigmentierung behandelt wurde oder ein Pigment, das bereits einer anderen Pigmentierungsbehandlung unterzogen wurde.

Die Isoindolinonverbindungen der vorstehenden allgemeinen Formel werden in der US-PS 2 573 352, in der JA-Patentveröffentlichung 4488/59, in anderer Patentliteratur und allgemeiner technischer Literatur beschrieben. Typische Beispiele für die Gruppe -R- in der vorstehenden Formel umfassen eine 1,2-, 1,3- oder 1,4-Phenylengruppe; eine 2,2'- oder 4,4'-Diphenylengruppe; Diphenylenderi-

130015/1031

vatgruppen wie eine 4,4'-Diphenylensulfidgruppe, eine 4,4'-Diphenylenharnstoffgruppe, eine Stilben-4,4'-ylen-gruppe, eine Benzoylanilin-4,4'-ylen-gruppe, eine Azobenzol-4,4'-ylen-gruppe, eine 4,4'-Diphenyläthergruppe oder eine 4,4'-Diphenylenmethangruppe; eine 1,4-Naphthylengruppe; und heterocyclische Gruppen wie eine Pyridin-2,6-ylen-gruppe, eine Pyridin-2,5-ylen-gruppe, eine Benzothiazol-2,5-ylen-gruppe oder eine Carbazol-3,6-ylen-gruppe. Diese Gruppen können einen Substituenten aufweisen, wie eine niedrige Alkylgruppe, eine niedrige Alkoxygruppe oder ein Halogenatom.

Das Salz der Isoindolinonverbindung mit der Base kann erhalten werden wie bereits in der JA-Patentveröffentlichung Nr. 39565/72, in der offengelegten JA-Patentveröffentlichung Nr. 25526/76 usw. beschrieben, durch Reaktion der Isoindolinonverbindung mit einer salzbildenden Base, beispielsweise einem Hydroxid, Carbonat, Alkoholat oder Amid eines Alkalimetalls; Aminen, wie Monoalkylaminen oder Dialkylaminen; oder quaternären Ammoniumhydroxidverbindungen, wie Benzyltrimethylammoniumhydroxid in Anwesenheit oder Abwesenheit von Wasser und einem anderen Lösungsmittel. Die Salzbildung kann in den meisten Fällen durch Farbänderung nach der Reaktion bestimmt werden.

Die Reaktion der Salzhydrolyse der Isoindolinonverbindung in Wasser in Anwesenheit eines organischen Lösungsmittels, das mit Wasser nicht frei mischbar ist, ist eine rasche Reaktion, die leicht, selbst bei gewöhnlicher Temperatur bzw. Raumtemperatur fortschreitet.

Das organische Lösungsmittel kann in Spuren in Wasser vorhanden sein. Vorzugsweise ist die Menge des organischen Lösungsmittels mindestens 0,05 Gew.-Teile/100 Gew.-Teile. Der Gehalt des organischen Lösungsmittels in Wasser kann je nach Wunsch erhöht werden, solange Wasser in ausreichender Menge vorhanden ist, um das Salz der Isoindolinonverbindung zu hydrolysieren. Wenn die Menge des

130015/1031

organischen Lösungsmittels im Wasser zu groß ist, so zeigt die Oberfläche des resultierenden Pigments nach der Hydrolyse eine Hydrophobie, und die zum Zeitpunkt der Hydrolyse gebildete Base kann schwer durch Waschen des Pigments mit Wasser entfernt werden. In einem derartigen Falle ist es ratsam, das Pigment zuerst mit einem hydrophilen organischen Lösungsmittel, wie Alkoholen und Dimethylformamid und anschließend mit Wasser zu waschen. Vom wirtschaftlichen Gesichtspunkt her ist es bevorzugt, Wasser bei der Durchführung der Waschstufe nach der Hydrolyse zu verwenden. Dementsprechend ist die bevorzugte Menge des organischen Lösungsmittels in Wasser nicht mehr als 100 Teile, insbesondere nicht mehr als 10 Teile, bezogen auf das Gewicht/100 Gew.-Teile Wasser.

Die Hydrolyse-reaktion wird erzielt durch Dispergieren (vorzugsweise Dispergieren unter Bewegen bzw. Rühren) des Salzes der Isoindolinonverbindung in Wasser in Anwesenheit eines organischen Lösungsmittels, das mit Wasser nicht frei mischbar ist. Die Konzentration des Isoindolinonsalzes in dem Reaktionssystem ist derart, daß sie die Dispersion des Salzes ermöglicht, liegt jedoch gewöhnlich bei bis zu etwa 50%, insbesondere bei bis zu etwa 20% bezogen auf das gesamte Hydrolysereaktionssystem.

Die Temperatur der Hydrolyse-reaktion beeinflußt stark den Teilchendurchmesser des resultierenden Pigments. Wenn die Hydrolysetemperatur zunimmt, erhält man Pigmentteilchen mit einem größeren Teilchendurchmesser und einer geringeren spezifischen Oberfläche und daher nimmt die Deckkraft des Pigments zu. Im allgemeinen wird eine Temperatur von 0 bis 100°C, vorzugsweise 20 bis 90°C verwendet. Falls erforderlich kann eine Temperatur von mehr als 100°C mittels eines Autoklaven verwendet werden. Die zur Hydrolyse-reaktion erforderliche Zeit variiert je nach der Temperatur und beträgt gewöhnlich nicht mehr als eine Stunde und ist manchmal einige Stunden je nach den Reaktionsbedingungen.

130015/1031

COPY 1

Das erfindungsgemäß verwendete organische Lösungsmittel sollte nicht frei mit Wasser mischbar sein und kann beispielsweise sein: aromatische und aliphatische Verbindungen und ihre Derivate, wie Benzol, Toluol, Xylol, Äthylbenzol, andere (Poly)-Alkylbenzole, Nitrobenzol, Mono-, Di- oder Tri-chlorbenzol, Anisol, Phenetol, Dimethylanilin, Chinolin, Decalin, Di- oder Tri-chloräthan, n-Hexan, Cyclohexan, gesättigte aliphatische Alkohole mit 4 bis 8 Kohlenstoffatomen, Methylbenzoat, Äthylbenzoat, Dipropyläther, Dibutyläther, Dioxan, Tetrahydrofuran, flüssiges Paraffin, Diphenyl, Diphenyläther, Diphenylmethan und Phthalsäureester. Da ein derartiges organisches Lösungsmittel mit Wasser nicht frei mischbar ist kann es sehr wirksam durch Dampfdestillation und so weiter je nach Erfordernissen gewonnen werden.

Nach dem erfindungsgemäßen Verfahren ist es leicht möglich, ein Isoindolinonpigment in der Form von fast sphärischen bzw. kugelförmigen Teilchen mit gleichmäßigem Teilchendurchmesser zu erhalten, was bisher nach üblichen Techniken nicht möglich war. Das durch das erfindungsgemäße Verfahren erhaltene Pigment weist eine ausgezeichnete Pigmenteignung auf, dargestellt durch die Deckkraft, die Farbstärke, die Dispergierbarkeit, die Wetterbeständigkeit, die Lichtechtheit, die Farbtrennbarkeit und dem Glanz usw. und es ist charakterisiert durch eine spezifische Oberfläche von 10 bis 30 m²/g. Zwar kann nach dem erfindungsgemäßen Verfahren ein Pigment mit einer spezifischen Oberfläche von weniger als 10 m²/g erzielt werden, jedoch neigt ein derartiges Pigment zu einer geringeren Farbfestigkeit bzw. Farbkraft, obwohl es eine überlegene Deckkraft, Lichtechtheit usw. aufweist.

Da als Hauptlösungsmittel beim erfindungsgemäßen Verfahren Wasser verwendet wird, ist es für industrielle Zwecke sehr geeignet.

Die erfindungsgemäß erhaltenen Pigmente sind für Farbanstrichmittel, Druckfarben bzw. Drucktinten und Kunststoffe geeignet. Sie

130015/1031

COPY

weisen eine überragende Deckkraft und Wetterfestigkeit auf, die bei üblichen Isoindoleninpigmenten unbekannt sind und sie sind besonders geeignet für die Anwendung von Außenanstrichen und Anstrichmitteln für Kraftfahrzeuge.

Die folgenden Beispiele dienen zur genaueren Erläuterung der Erfindung. Alle Teile und Prozentangaben in diesen Beispielen beziehen sich auf das Gewicht.

Beispiel 1

20 Teile eines Natriumsalzes von Bis-(4,5,6,7-tetrachlorisoindolin-1-on-3-yliden)-phenylendiamin-(1,4) wurden in 200 Teilen Wasser dispergiert und 2 Teile Xylol wurden zugegeben. Das Gemisch wurde allmählich erwärmt und bei 80°C eine Stunde gerührt. Rötlich-gelbe Kristalle, die aus der Hydrolyse resultierten, wurden heiß filtriert und ausreichend mit Wasser gewaschen, bis das Filtrat neutral wurde. Nach dem Trocknen erhielt man 17 Teile eines Pigments. Das Pigment wies eine spezifische Oberfläche von 22 m²/g gemessen nach der BET-Methode auf.

In den beigefügten Figuren stellt Figur 1 Elektronenmikrophotographien (5000 X) von (a) dem in Beispiel 1 erhaltenen Pigment, (b) einem handelsüblichen Pigment "Irgazin Yellow 3RLTN" (ein Produkt der Ciba-Geigy; spezifische Oberfläche 26 m²/g) mit der gleichen Molekülstruktur wie das in Beispiel 1 erhaltene Pigment und (c) ein Pigment (spezifische Oberfläche von 24 m²/g) erhalten durch Wärmebehandlung eines Rohpigments mit der gleichen Molekülstruktur wie das in Beispiel 1 erhaltene Pigment, in Dimethylformamid bei 130°C während einer Stunde dar.

Aus der Figur 1 ist ersichtlich, daß das Pigment (a) aus sehr gleichmäßigen und fast sphärischen Kristallen besteht.

130015/1031

Um die ausgezeichneten Pigmenteignungscharakteristika des Pigments (a) zu demonstrieren, wurde es mit dem handelsüblichen "Irgazin Yellow 3RLTN" (b) in der folgenden Weise verglichen:

Vier Teile des Pigments (a), 13 Teile eines Acryl-Melamin-Harzes, 13 Teile eines Verdünners (ein Gemisch von Xylol und Butanol = 7/3) und 90 Teile Glasperlen wurden 2 Stunden in einer 100 ml Weithalsflasche unter Verwendung eines Anstrichmittelconditioniermittels dispergiert. Anschließend wurden 50 Teile des Harzes erneut zugeführt und das Gemisch wurde weitere 10 Minuten zur Herstellung eines Testanstrichs dispergiert.

Andererseits wurde ein Vergleichstestanstrich hergestellt nach der gleichen Arbeitsweise, wie vorher beschrieben, unter Verwendung von 4 Teilen des handelsüblichen Pigments (b) anstelle des Pigments (a).

In den beigefügten Figuren stellt die Figur 2 eine graphische Darstellung dar, die die Teilchengrößenverteilung der Pigmente in den resultierenden Anstrichmitteln zeigt, die gemessen wurden mittels eines "Shirazu"-Teilchengrößenverteilungstestgeräts vom Zentrifugen-Sedimentationstyp (CP-50) - Handelsprodukt der Shimazu Seisakusho.

Aus der Figur 2 ist ersichtlich, daß der Gehalt an Teilchen mit einem Teilchendurchmesser von 0,2 bis 0,6 μm etwa 83 % in Pigment (a), erhalten nach Beispiel 1 und etwa 57 % in dem handelsüblichen Pigment (b) beträgt und daß der Gehalt an Teilchen mit einem Teilchendurchmesser von 0,3 bis 0,5 μm etwa 57 % in dem Pigment (a), jedoch nur etwa 33 % in dem handelsüblichen Pigment (b) beträgt.

Die Eignungscharakteristika für das Pigment wurden unter Verwendung der Testmittel verglichen. Es zeigte sich, daß das Pigment (a) einen überlegenen Farbglanz, eine überlegene Deckkraft, Farbfestigkeit bzw. Farbstärke, Glanz, Fließfähigkeit und Farbtrennbarkeit

130015/1031

aufwies. Beispielsweise betrug bei Messung mit einem Glanzmeter der Glanz des Anstrichfilms noch 99 % im Falle der Verwendung des Pigments (a) und 95 % im Falle der Verwendung des handelsüblichen Pigments (b).

Darüberhinaus wurde das Pigment mit einem metallischen Aluminiumpulver, einem Acryl-Melamin-Harz und einem Verdünner verknetet, um ein metallisches Anstrichmittel zu bereiten. Die Wetterfestigkeit eines mit Zinkphosphat behandelten Stahlbleches, das mit dem resultierenden metallischen Anstrichmittel überzogen worden, war, wurde gemessen und die Farbdifferenz ΔE nach einem Jahr im Freien wurde bestimmt. Die Ergebnisse sind in der Tabelle I aufgeführt:

TABELLE I

Mengen an färbenden Bestandteilen, enthalten in dem metallischen Anstrichfilm	Farbdifferenz ΔE	
	Pigment (a)	Handelsübliches Pigment (b)
Ein Teil des Pigments und ein Teil Aluminium	0,94	2,18
Ein Teil des Pigments und 5 Teile Aluminium	1,58	2,39

Beispiel 2

Das gleiche Natriumsalz, wie in Beispiel 1 beschrieben, wurde bei einer Hydrolysetemperatur von 40°C während 3 Stunden unter Verwendung von Diphenyläther anstelle von Xylol gehalten. Man erhielt ein Pigment, das in der Form von fast sphärischen Teilchen mit einer spezifischen Oberfläche, gemessen nach der BET-Methode, von

28 m²/g, vorlag. Die verschiedenen Eignungscharakteristika als Pigment von dem resultierenden Pigment waren ebenso überlegen, wie die im Beispiel 1 erhaltenen Pigmente. Es zeigte einen leicht rötlichen Farbton in tiefer Farbe und wies eine höhere Färbekraft auf.

Beispiel 3

25 Teile eines n-Butylaminsalzes von Bis(4,5,6,7-tetrachlorisindolin-1-on-3-yliden)-1-methylphenylendiamin-(2,6) wurden in 300 Teilen Wasser dispergiert und anschließend wurden 10 Teile o-Dichlorbenzol zugesetzt. Das Gemisch wurde auf 90°C erwärmt und bei dieser Temperatur eine Stunde gerührt, um das Salz zu hydrolysieren. Anschließend wurden unter verringertem Druck o-Dichlorbenzol und n-Butylamin abdestilliert und wieder gewonnen. Die Kristalle wurden filtriert, sorgfältig mit Wasser gewaschen und anschließend getrocknet unter Bildung von 18 Teilen eines bläulich-gelben Pigments. Die Teilchen des Pigments waren nahezu sphärisch und hatten eine spezifische Oberfläche, gemessen nach der BET-Methode, von 18 m²/g.

Das im Beispiel 3 erhaltene Pigment wurde mit einem handelsüblichen Pigment "Irgazin Yellow 2GLT" (ein Produkt der Ciba-Geigy; spezifische Oberfläche 24 m²/g) verglichen.

Eine trockene Farbe zusammengesetzt aus 6 Teilen des Pigments und 2 Teilen Zinkstearat wurde mit Polypropylen vermischt. Die Mischung wurde einem Spritzguß mit einer Spritzgußvorrichtung vom Schneckenleitungstyp (0,085 kg bzw. 3-ounce) bei 280°C mit einer Verweilzeit von 0 Minuten 10 Minuten bzw. 20 Minuten unterzogen, um einen Wärmebeständigkeitstest durchzuführen.

Im Falle der Verwendung des handelsüblichen Pigments war die Farbe einer gefärbten geformten Platte, die man nach einer Verweil-

130015/1031

zeit von 20 Minuten erhielt, leicht rötlich und transparent im Vergleich mit einer geformten Platte, die man mit einer Verweilzeit von 0 erhielt. Im Gegensatz hierzu trat bei Verwendung des erfindungsgemäßen Pigments keine Färbänderung der gefärbten Platte auf (dies bedeutet, daß die Wärmebeständigkeit der gefärbten Platte gut war).

Die gefärbten, geformten Platten wurden ein Jahr lang jeweils im Freien gehalten. Im Falle der Verwendung des handelsüblichen Pigments wurde die Platte leicht schwärzlich, jedoch wurde im Falle der Verwendung des in Beispiel 3 erhaltenen Pigments keine Verfärbung festgestellt.

Beispiele 4 bis 18




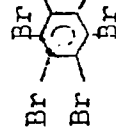
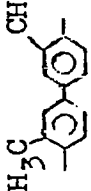

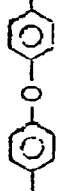
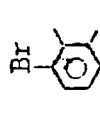
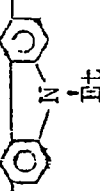

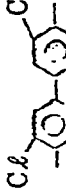


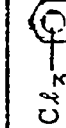


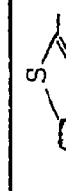
Salze, die aus verschiedenen Isoindolinonverbindungen und verschiedenen Basen gebildet wurden, wurden in gleicher Weise, wie in Beispiel 1 unter den in der Tabelle II angegebenen Bedingungen behandelt. Die Ergebnisse sind in der Tabelle II aufgeführt. In der Tabelle sind die Gruppe X_m  und die Gruppe R- die der vorstehend angegebenen allgemeinen Formel.

Tabelle II

Beispiel	Gruppe 	Gruppe -R- 	Form des Salzes	organisches Lösungsmittel	Hydrolyse-temperatur (°C)	Farbe	spezifische Oberfläche m ² /g
4			K	Cyclohexan	50	Rot	24
5	"		K	Toluol	90	Orange	15
6	"		Isopropyl-anilin	Chinolin	90	Orange	28
7			Na	Dichloräthan	80	Gelb	13
8			Na	n-Butanol	40	Rötlich-gelb	24
9			Na	Flüssiges Paraffin	20	Gelb	29

130015/1031

Fortsetzung Tabelle II

10			n-Propylamin	Benzol	60	Rötlich-gelb	21
11		"	"	Dioxan	80	Rötlich-gelb	18
12	"		Diethylamin	Decalin	"	Rot	18
13			Na	Anisol	"	Rötlich-gelb	24
14			Na	Methylbenzoat	"	Rot	14
15			Li	Dimethylphthalat	60	Gelb	19
16			Li	Nitrobenzol	40	Rötlich-gelb	27
17			Na	Dibutyläther	80	Bläulich-gelb	22
18			Na	n-Hexan	30	Orange	28

130015/1031

- 17 -
Leerseite

-19-

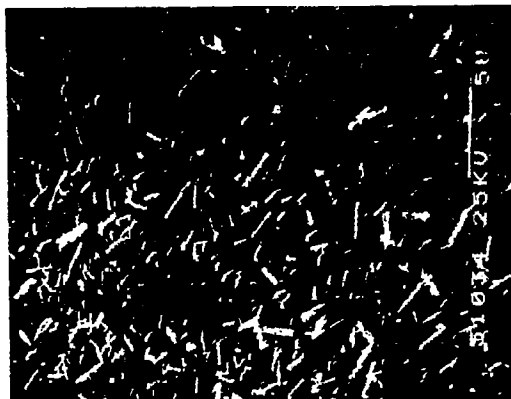
3037494

Nummer:
Int. Cl.³:
Anmeldetag:
Offenlegungstag:

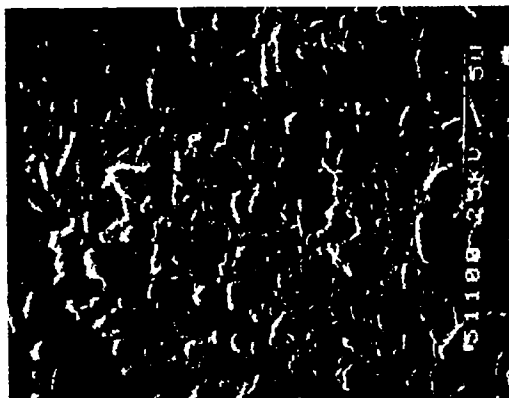
30 37 494
C 09 B 57/04
3. Oktober 1980
9. April 1981

Fig. 1

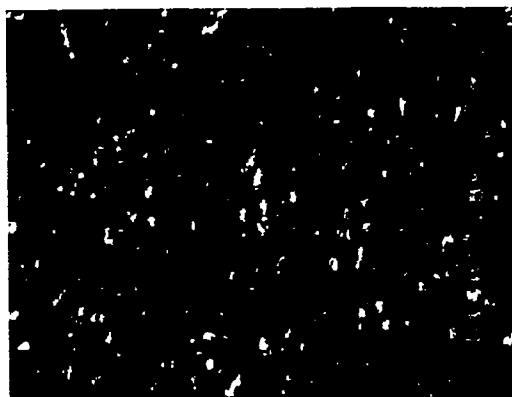
(c)



(b)



(a)



130015/1031

ORIGINAL INSPECTED

- 18 -

Fig. 2

